

Registration number(999075) has already removed to closed files.

Other Translation

THIS PAGE BLANK (USPTO)

THIS PAGE BLANK

(10015120887 313800190)



① 日本国特許庁

公開特許公報

(4,000円) 特 許 願 (特許法第38条ただし書
の規定による特許出願) (1)

昭和 50 年 10 月 13 日

特許庁長官殿

1. 発明の名称

シンクワシンドアンホウ
真空浸炭方法

2. 特許請求の範囲に記載された発明の数

2

3. 発明者

大阪府大阪市西区京町堀3丁目30番地

住 所 中外炉工業株式会社内

氏 名 ムラカミ コウジ (ほか 0 名)

4. 特許出願人

住 所 大阪府大阪市西区京町堀3丁目30番地

名 称 中外炉工業株式会社

代表者 谷川 正夫

5. 代理人

住 所 大阪府大阪市東区本町2-10 本町ビル内

電話 大阪 (06) 262-5521

氏名 井理士 (6214) 青 山 稔 (ほか 2 名)

50-123676

方式 (A)

① 特開昭 52-47531

③ 公開日 昭 52. (1977) 4. 15

② 特願昭 50-123676

② 出願日 昭 50. (1975) 10. 13

審査請求 有 (全 7 頁)

庁内整理番号

7619 42

⑤ 日本分類

12 A31

⑤ Int. Cl²

C23C 11/10

C21D 11/76

識別
記号

明 細 書

1. 発明の名称

真空浸炭方法

2. 特許請求の範囲

(1) 減圧下にて炭素の熱拡散により金属材料表面に炭素を浸透拡散せしめるにあたり、浸炭期にはメタンなど炭化水素系ガスと窒素ガスとの一定割合の混合ガスを浸炭ガスとして加熱室内に連続的に導入して金属表面に炭素を浸透させ、該浸炭期に続く拡散期には加熱室より浸炭ガスを排気した状態の十分な減圧下で金属材料表面に浸透した炭素を拡散させ、かつ上記浸炭期と拡散期の時間により表面炭素濃度及び浸炭深さをコントロールすることを特徴とする真空浸炭方法。

(2) 特許請求の範囲第 1 項記載の真空浸炭方法において、浸炭期にはメタンなど炭化水素系ガスと窒素ガスの混合ガスである浸炭ガスを 2.0 m/秒以上のジェット流として加熱室内に連続的に噴出導入することを特徴とする真空浸炭方法。

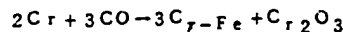
3. 発明の詳細な説明

本発明は、減圧雰囲気中において金属材料表面に炭素を浸透拡散せしめる浸炭方法に関する。

金属材料表面に炭素を浸透拡散せしめて表面の物性を変化させることにより適当な硬化肌に調整することは、浸炭焼入法としてよく知られており、公知の方法として、固体粉末を用いる箱詰浸炭法、塩浴を用いる液体浸炭法、気体を用いるガス浸炭法等がある。

本発明は、特にガス浸炭法に関し、炭化水素ガスを炭成し、CO、H₂、N₂を主成分とする吸熱性ガスを用いる従来法を改良したものである。

従来のガス浸炭では、浸炭ガスとして炭化水素系ガス (CH₄、C₃H₈など) の吸熱性のキャリアガス (CO 20%、H₂ 40%、N₂ 40%) を用いて希釈したものを使用しており、ガス中に含まれる CO ガスにより準平衡論的に浸炭が行なわれるが、この際に



なる反応が生じ、金属材料表面の粒界において金属の合金成分である Cr の選択酸化を生じ、浸炭

肌の表層部を脆弱化し、浸炭の効果を一部損なっている。

また、金属材料表面への炭素の浸透拡散の速さは、材料処理温度に対し指数関数的に増加することが知られており、処理温度を高めれば浸炭が速やかに行なわれるが、従来のガス浸炭炉では、例えば循環ファンを使用している等炉構造上使用温度に制限があり、多くは850~980の範囲であり、より高温での操業は多くの困難を伴うのが現状である。

さらに、ガス浸炭は、浸炭雰囲気中で材料を昇温加熱するため、処理材料の寸法差による昇温速度の差から材料各部の浸炭速度が異なり、特に薄い浸炭肌を必要とする場合に不均一浸炭が発生しやすい。

本発明は上記従来法の欠点を解消すべくなされたもので、具体的には、減圧雰囲気中でガス浸炭に関する。さらに詳述すれば、まず処理する金属材料の入った加熱室内を排気して、該加熱室内の不純ガスを除去した後、金属材料が浸炭可能で

ある温度に加熱室を昇温、維持し、該加熱室に所定の圧力を保つように N_2 ガスによつて稀釈した酸化成分を含まない浸炭ガスを所定時間連続的に導入し、引き続いて加熱室内の浸炭ガスを排気除去し、所定の時間浸炭ガスの存在しない減圧状態で金属材料表面に浸透した炭素の拡散を行なわせるものである。

すなわち、本発明の目的とするところは、金属材料への炭素の浸透と拡散とを減圧された加熱室内で達成するに際し、浸炭期と拡散期の時間を制御することにより浸炭によつて得られた金属材料の表面肌の炭素の濃度分布を拡散により好ましい濃度分布に改善することを特徴とする浸炭方法を提供することにある。

また、炭化水素系ガスを窒素ガスで希釈した混合浸炭ガスを使用することにより加熱室内部での浸炭ガスの過剰の分解を抑制すると共に、金属材料表面の粒界選択酸化を防止する浸炭方法を提案することにある。

さらに、別の目的は相対的に高い温度での浸炭

法を教示し、高温にあつても浸炭ガス導入時のジェット噴流により加熱室内雰囲気中の攪拌均一化を計り、むらのない浸炭を行なう方法を提供することにある。

以下図面にしたがつて本発明を詳細に説明する。
第1図は本発明の方法を実施するための装置例の系統図を示すもので、加熱室1、ガス冷却室2、油焼入室3よりなる真空炉Tを示し、各室1、2、3は図示しない気密断熱扉によつて仕切られている。

真空炉Tの各室1、2、3の不純ガスを排気するために、メカニカルブースタ4、油回転ポンプ5からなる真空排気装置Mが設けられており、真空弁6、7、8を介して各室1、2、3に通過し、その開閉作動により各室1、2、3を別個に排気することができるようになっている。さらに、加熱室1は真空弁31を介して油回転ポンプ5に連通し、加熱室1に導入された浸炭ガスを連続的に炉外に排出するようになっている。加熱室1に導入される浸炭ガスはライン38より供給される

CH_4 ガス、及びライン39より供給される N_2 ガスの混合によつて得られる。

詳しくは、 CH_4 ガスは、ライン38より供給され吸着塔29によつて CH_4 ガス中の不純物、例えば H_2S 、メルカプタンなどの硫黄化合物、水分などが除去される。特に、水分除去は CH_4 の分解によつて生成する H_2 の脱炭作用を抑止するためである。この後、 CH_4 ガスは減圧弁26を通過して適正な圧力に減圧され、流量計25によつて流量が測定され、混合器20に入り N_2 ガスと混合される。なお、吸着塔29を再生使用する場合に塔を切替えるために切替弁28が設けてある。一方、 N_2 ガスは、ライン39より供給され減圧弁17によつて適正な圧力に減圧され、流量計22を通過して混合器20に入る。混合器20は、 CH_4 ガスと N_2 ガスの流量比を一定に保ちながら混合するもので、その混合の割合は調圧弁23より容易に調節変更できる。すなわち、調圧弁23は混合器20の機能を正しく保つために混合器20に入る CH_4 ガスの圧力と N_2 ガスの圧力の平衡をとる装置で、

この調圧器23のためガス流量を変えても CH_4 ガスと N_2 ガスの混合比は一定に保たれる。流量制御弁19は、混合浸炭ガスの炉内への送入量を調節するために設けてある。

浸炭ガス導入弁18は、加熱室炉内圧力検出素子10の信号によつて働らく制御弁32に設けられた圧力制御装置33によつて制御され、炉内圧力を一定に保つように作動すると同時に、浸炭タイマー36によつて制御される時間だけ浸炭ガスを導入するように働く。制御弁32には温度検出素子10の信号により加熱室内温度を記録調節する温度記録調節計34及び炉温が浸炭温度に達して働く均熱タイマー35、浸炭時間を設定する浸炭タイマー36、並びに浸炭および拡散の全時間を設定する浸炭拡散タイマー37が設けられており、浸炭タイマー36および浸炭拡散タイマー37を設定することにより処理材料の表面炭素量と浸炭深さを制御する。

圧力スイッチ9, 11は加熱室1に浸炭ガスが送入されている間、すなわち浸炭タイマー36が

作動している間ガス冷却室2、油焼入室3の圧力を加熱室1の浸炭ガス圧力とつり合うようライン39より N_2 ガスを上記2室に供給する制御弁12, 13を制御する。すなわち、上記2室の圧力を加熱室1の圧力よりもやや高い圧力に保ち、浸炭ガスが前記2室に洩れないように働く。

第2図は、第1図のII-II線断面図で、加熱室1の内部構造を示し加熱室1に浸炭ガス導入弁18を通つて送入される浸炭ガスは、加熱室1の炉殻を貫通する供給管43から連結管44を通つて分岐し、噴射管45より加熱室1の断熱壁40の内部に吹きこまれる。噴射管45は加熱室1内に送入された浸炭ガスが加熱室1内の材料支持台41上に装入された材料42の周囲を循環するよう第3図に示すごとく加熱室断熱体40の相対向する上下両隅部にかつ内方に指向して取り付けられるのが望ましい。加熱室1に送入された浸炭ガスは、噴射管45より高速のジェット噴流となり、該室1内の雰囲気ガスを循環攪拌し、処理材料の均一浸炭に大きく寄与する。

本発明では2.0 m/秒以上の好ましくは5.0～20.0 m/秒のジェット流として浸炭ガスを炉内に噴出することにより、材料各部の昇温速度が均一になり、浸炭むらのない均一製品が得られることが判明した。

次に上記構成の装置を用いて本発明の真空浸炭方法を説明する。

第4図は本発明による浸炭法を実施する場合の動作サイクルの一例を示す図である。

図の上部は加熱室1内の温度を、下部は同室内の同じ時刻における圧力を示す。なお、点線は浸炭拡散後すぐに油焼入れを行なう場合を示す。処理材料の浸炭処理サイクルに先立ち、加熱室1の排気サイクルが必要である。まず処理材料をガス冷却室2あるいは油焼入室3に装入し、加熱室1を排気したあと、上記2室2、3を排気し、処理材料を加熱室1に移動し更に3室1、2、3共に排気し、設定された圧力以下に排気した状態で加熱室1の昇温を開始する。この場合、排気は処理材料の物性を損わない圧力、すなわち1～500 μ

Hgの範囲中で行う。また、加熱温度は850℃以上1050℃までの温度が通常採用される。

昇温後、設定した温度と圧力のもとで均熱タイマー35によつて設定された時間均熱と脱ガスをこなう。均熱時間の終了と共に浸炭タイマー36、浸炭拡散タイマー37が作動し、浸炭が開始される。上記2個のタイマー36、37は求める浸炭深さ、表面炭素量に合わせて設定する。浸炭タイマー36が作動している間、浸炭ガス導入弁18を通して浸炭ガスを連続的に加熱室1内に導入し、また真空弁6, 7, 8を閉じ排気弁31を開いて上記送入された浸炭ガスを排気する。この間、浸炭ガスがガス冷却室2、油焼入室3に洩れないようライン39より供給される N_2 ガスを圧力スイッチ9, 11によつて制御される N_2 ガス導入弁12, 13を通して前記2室2、3に充填する。浸炭時間の終了と共に浸炭ガス導入弁18、排気弁31を閉じて浸炭ガスの送入を停止し、真空弁6, 7, 8を開いて、真空炉内を所定の圧力まで減圧排気し、処理材料表面に浸透した炭素の拡散を行なう。

拡散は浸炭ガスの存在しない減圧状態のもとで、要求される炭素濃度勾配をもった浸炭肌を得るに必要な時間行なう。

浸炭拡散タイム37の作動終了と共に選択されたサイクルに従つて、比較的低温で処理された材料は直接油焼入を行ない、比較的高温で処理された材料は、浸炭による結晶粒の改善のためガス冷却室2に移送し、焼ならし処理を行なう。冷却は必ずしも常温まで冷却する必要はなく、鋼材料の場合は600℃以下に冷却すればよく、再び加熱室1に戻して再加熱を十分の減圧下で行ない焼入温度に加熱したあと油焼入室3に移送し、油焼入を行なう。

処理材料の表面炭素深さは浸炭時間と拡散時間によつて第5図に示すような関係が得られており浸炭時間と拡散時間を設定すれば、求める表面炭素濃度と浸炭深さを満足することができる。すなわち、曲線②⑤⑥は表面炭素濃度変化を示し、曲線①③④は浸炭深さを示すものである。したがつて例えば浸炭深さ、0.8mm¹において表面炭素

濃度0.6%、0.8%、1.0%にするためには浸炭時間がそれぞれ1時間、1時間40分、2時間要し、拡散時間は2時間、1時間20分、1時間程度要することが理解される。

次に本発明の具体的実施例について説明する。

表1はテストの結果得られた本発明の実施例をまとめたもので第5図に示した関係が確認される。尚、第6図は表1の実施例における浸炭肌の炭素濃度分布を示す。

表 1

	実施例1	実施例2	実施例3	実施例4	実施例5	実施例6
材 料	9310鋼	9310鋼	9310鋼	9310鋼	9310鋼	9310鋼
処 理 温 度	927℃	927℃	927℃	927℃	927℃	927℃
浸炭時炉内圧力	225mmHg	225mmHg	225mmHg	225mmHg	225mmHg	225mmHg
浸炭ガス混合比	$\text{CH}_4/\text{N}_2 = 1/2$	$\text{CH}_4/\text{N}_2 = 1/2$	$\text{CH}_4/\text{N}_2 = 1/2$	$\text{CH}_4/\text{N}_2 = 1/2$	$\text{CH}_4/\text{N}_2 = 1/2$	$\text{CH}_4/\text{N}_2 = 1/2$
浸 炭 時 間	7H45M	5H	3H30M	1H45M	1H30M	1H
拡 散 時 間	2H15M	4H	5H30M	1H15M	1H30M	2H
処 理 時 間	10H	9H	9H	3H	3H	3H
表面炭素量	1.05%	0.90%	0.75%	0.90%	0.75%	0.60%
浸 炭 深 さ	1.5mm	1.5mm	1.5mm	0.8mm	0.8mm	0.8mm
炭素濃度分布	曲線①	曲線②	曲線③	曲線④	曲線⑤	曲線⑥

この表および第6図から明らかなように、浸炭時間と拡散時間は要求される浸炭肌によつて種々に変化し、浸炭期と拡散期の時間比をコントロールすることによつて所望の表面炭素濃度と浸炭深さを得ることができる。なお、テストでは表1以外に1040℃の高温での浸炭も行つており、いずれも優れた結果を得ている。

以上で述べたように、本発明は真空炉を用い炭化水素系ガス例えば CH_4 ガスと N_2 ガスの混合ガスを浸炭ガスとして減圧雰囲気中で金属材料を浸炭する方法に関するものであり、第1番目の発明によれば、浸炭ガスとして炭化水素系ガス例えば CH_4 ガスと N_2 ガスの混合ガスを用いることにより、下記の利点が得られるようになった。まず、浸炭に必要な CH_4 ガス量に対する N_2 希釈による流量の増加が計れ、加熱室内の雰囲気の流れがより効果的に行なわれる。また、 CH_4 ガスの分解により残存 CH_4 ガスの分圧の偏りが CH_4 ガス単独で用いるよりもより緩和され、 CH_4 ガスの分解が N_2 ガスの存在により抑制され過剰の分解炭素の

生成を抑制できる。さらに、炉内で O_2 ガスの存在する余地が殆んどなく、材料表面の粒界選択酸化が防止できる。

また、本発明では浸炭期と拡散期の時間比をコントロールすることにより、浸炭によつて得られた金属材料の表面肌の炭素の濃度分布を任意の好ましい濃度分布にすることが可能となつた。

第2番目の発明によれば、20m/secのジェット流にして浸炭ガスを炉内に噴出導入するため上記第1番目の発明の効果に加えて高温炉においても浸炭ガスを均一拡散することができ、不等肉厚部品の均一浸炭及び高温処理による熟処理時間の短縮が可能となり、浸炭ガスの消費量が小さくて済むなど多くの利点を有する。なお、本発明で用いられる炉は第1図に示したような3室のものに限定されることなく、様々のものが使用できることは言うまでもない。

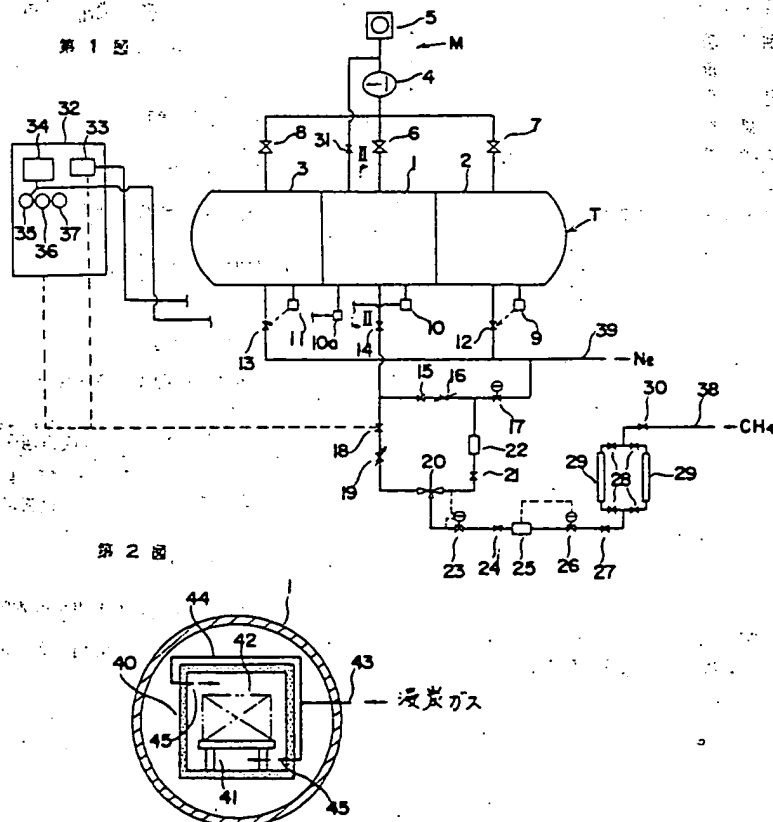
4.図面の簡単な説明

第1図は本発明で用いられる真空浸炭装置の一実施例を示す系統図、第2図は第1図のⅡ-Ⅱ線

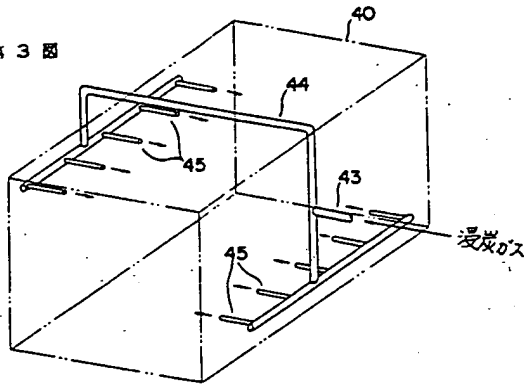
断面図、第3図は浸炭ガス噴射管の取付状態を示す斜視図、第4図は本発明に係る真空浸炭方法の運転サイクルの一例を示した図、第5図は浸炭肌の表面炭素量と浸炭深さを浸炭時間、拡散時間の関係で示したグラフ、第6図は実施例における浸炭肌の炭素濃度分布を示すグラフである。

T-真空炉、M-真空排気装置、1-加熱室、2-ガス冷却室、3-油焼入室、4-メカニカルブースタ、5-油回転ポンプ、10-圧力検出素子、10a-温度検出素子、17,19,26-流量制御弁、18-浸炭ガス導入弁、20-混合器、23-調圧器、25-流量計、32-制御盤、33-圧力制御装置、34-温度記録調節計、35-均熱タイマ、36-浸炭タイマ、37-浸炭拡散タイマ、42-材料、45噴射管。

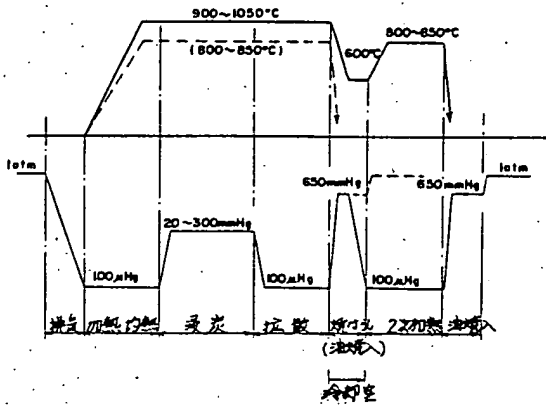
特許出願人 中外硝工業株式会社
代理人 弁理士 青山 稔 ほか2名



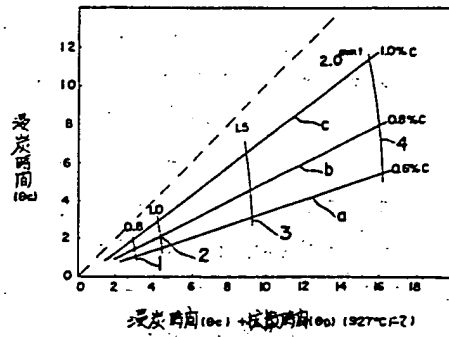
第 3 図



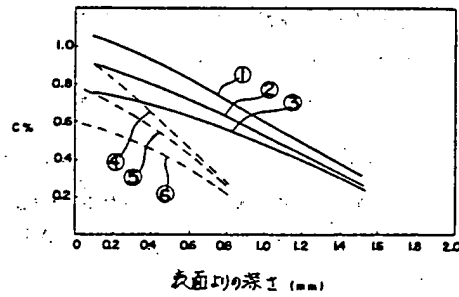
第 4 図



第 5 図



第 6 図



6. 添附書類の目録

- | | |
|-------------|-----|
| (1) 明 細 書 | 1 通 |
| (2) 図 面 | 1 通 |
| (3) 委 任 状 | 1 通 |
| (4) 願 書 副 本 | 1 通 |
| (5) 出願審査請求書 | 1 通 |

7. 前記以外の発明者および代理人

- (1) 発明者
住所

手 続 補 正 書 (自 発)

昭和 50 年 11 月 7 日

特 許 庁 長 官 殿

1. 事件の表示

昭和 50 年特許願第 123676 号

2. 発明の名称

真空浸炭方法

3. 補正をする者

事件との関係 特許出願人

住 所 大阪府大阪市西京町堀3丁目30番地
中 外 が 工 業 株 式 有 限 公 司
名 称 代表者 谷 川 正 夫

4. 代 理 人

住所 大阪府大阪市東区本町2-10 本町ビル内
氏名 弁理士 (6214) 青 山 稔 ほか 2 名

5. 補正命令の日付 (自 発 補 正)

6. 補正の対象 明細書の発明の詳細な説明の欄。

(2) 代理人 〒541

住所 大阪府大阪市東区本町2-10 本町ビル内
電話 大阪 (06) 262-5521
氏名 弁理士 (6240) 安 村 高 明
住所 同 所
氏名 弁理士 (7357) 古 川 泰 通

7. 補正の内容

明細書を下記のごとく補正いたします。

(1) 第2頁第13行目

「(CH_4 、 C_3H_8 など)」の後の「の」を
「を」と補正いたします。

(2) 同頁第15行目

「CO」の後に「 C_nH_m 」を挿入いたしま
す。

THIS PAGE BLANK (USPTO)